

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
6. Dezember 2001 (06.12.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/92173 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C03B 37/018. (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von L. S. SCHNEIDER LASER TECHNOLOGIES AG [DE/DE]; Fasaneninsel 1. 07548 Gera (DE)).
C03C 13/04. G02B 6/16

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/06083

(72) Erfinder; und

(22) Internationales Anmeldedatum:
28. Mai 2001 (28.05.2001)

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): KIRCHHOF, Johannes [DE/DE]; Hufelandweg 16, 07743 Jena (DE). UNGER, Sonja [DE/DE]; Talstrasse 16, 07743 Jena (DE). SCHRÖTER, Siegmund [DE/DE]; Novalisstrasse 13, 07747 Jena (DE). SCHWUCHOW, Anka [DE/DE]; Am Teich 10. 07743 Jena (DE).

(25) Einreichungssprache: Deutsch

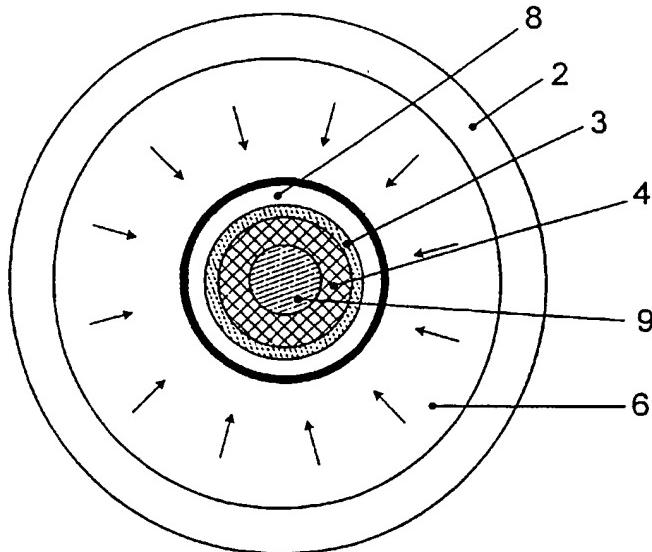
(74) Anwälte: BREIT, Ulrich usw.; Geyer, Fehners & Partner.
Perhamerstrasse 31, 80687 München (DE).

(30) Angaben zur Priorität:
100 27 263.0 31. Mai 2000 (31.05.2000) DE

{Fortsetzung auf der nächsten Seite}

(54) Title: SIO₂-BASED FIBRE OPTICAL WAVEGUIDE FOR TRANSMITTING A HIGH LIGHT POWER DENSITY AND CORRESPONDING PRODUCTION METHOD

(54) Bezeichnung: LICHTLEITFASER AUF SiO₂-BASIS ZUR ÜBERTRAGUNG EINER HOHEN LICHTLEISTUNGSDICHE SOWIE HERSTELLUNGSVERFAHREN DAZU



WO 01/92173 A1

(57) Abstract: An SiO₂-based fibre optical waveguide for transmitting a high light power density is produced in a two-step process whereby the preform is produced first and the fibre optical waveguide is drawn from the preform. When the core material (5) is separated with SiCl₄ and O₂, the compound GeCl₄ is added in the quantity necessary to obtain a GeO₂?concentration of between 0.001 mol % and 1 mol % in the core (9) and to ensure that the core (9) refractive index differs from the refractive index of the SiO₂?by less than 0.001. Alternatively, the preform can be treated with an atmosphere containing H₂ after the core material (5) has been separated.

{Fortsetzung auf der nächsten Seite}



(81) **Bestimmungsstaaten (national):** AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TI, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BE, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Erklärung gemäß Regel 4.17:

— hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, die Priorität einer früheren Anmeldung zu beanspruchen (Regel 4.17 Ziffer iii für alle Bestimmungsstaaten)

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchebericht vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) **Zusammenfassung:** Zur Herstellung einer Lichtleitfaser aus SiO₂-Basis zur Übertragung einer hohen Lichtleistungsdichte wird in einem Zwei-Schritt-Prozeß zunächst die Preform hergestellt und dann aus dieser die Lichtleitfaser gezogen. Dabei wird bei einer Abscheidung des Kern-Materials (5) mit SiCl₄ und O₂ die Verbindung GeCl₄ in einer Menge zugegeben, bei der sich eine GeO₂-Konzentration im Kern (9) zwischen 0,001 mol % und 1 mol % einstellt und sich die Brechzahl der Kerns (9) weniger als 0,001 gegenüber der Brechzahl des SiO₂ verändert. Alternativ erfolgt nach der Abscheidung des Kern-Materials (5) eine Behandlung der Preform mit einer H₂-haltigen Atmosphäre.

5

Lichtleitfaser auf SiO₂-Basis zur Übertragung einer hohen Lichtleistungsdichte sowie Herstellungsverfahren dazu

10

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung einer Lichtleitfaser auf SiO₂-Basis zur Übertragung einer hohen Lichtleistungsdichte, bei dem in einem Zwei-Schritt-Prozeß zunächst eine Preform hergestellt und dann aus dieser die Lichtleitfaser gezogen wird, sowie auf eine Lichtleitfaser.

15

Um gewünschte effektive Lichtleitungseigenschaften zu erreichen, muß zwischen Mantel und Kern einer Lichtleitfaser bekanntermaßen ein Brechzahlunterschied dahingehend bestehen, daß die Brechzahl des Mantels gegenüber der des Kerns abgesenkt ist, damit Totalreflexion von aus dem Kern zum Mantel hin laufender Strahlung erfolgt. Der Brechzahlunterschied kann dabei entweder als Brechzahlsprung zwischen Kern und Mantel oder in Form eines bestimmten Brechzahlprofiles ausgebildet werden.

Bei der Herstellung einer Lichtleitfaser kann der Brechzahlunterschied auf zwei Weisen erreicht werden. Mahlke/Gössing, „Fiber Optic Cables“, Publicis MCD Verlag Erlangen, 1997, Seiten 29 bis 33 und 94 bis 101, schildern, daß die Dotierung von SiO_2 mit GeO_2 oder P_2O_5 eine brechzahlerhöhende Wirkung hat. Sie schlagen deshalb Herstellverfahren vor, bei denen der Kern einer Lichtleitfaser mit diesen Substanzen dotiert wird, um durch Anhebung der Kern-Brechzahl den Brechzahlunterschied für die gewünschten Lichtleitungseigenschaften zu erreichen. Ähnliches ist auch in Agrawal, „Fiber-Optic Communication Systems“, 2. Aufl., John Wiley & Sons, New York, 1997, auf den Seiten 64 bis 68 beschrieben.

Eine weitere Möglichkeit zum Erzielen des erforderlichen Brechzahlunterschiedes findet sich in der EP 0 520 337 A1, die die Dotierung des Mantels mit Fluor zur Absenkung der Brechzahl des Mantels erwähnt. Der erforderliche Brechzahlunterschied wird dabei nicht durch die Anhebung der Kern-Brechzahl sondern durch die Absenkung der Mantel-Brechzahl erreicht. Zur Vergleichmäßigung des Brechzahlverlaufes im Kern ist in EP 0 520 337 A1 zusätzlich zur brechzahlsenkenden Manteldotierung eine Kombination aus Fluordotierung und GeO_2 - bzw. P_2O_5 -Dotierung des Kern-Materials beschrieben, wobei beide Dotierungen nur in geringen Konzentrationen vorgenommen werden. Diese gegenläufig wirkenden Dotierungen

Mantel-Material besteht. Anschließend wird darüber hinaus das Kern-Material zusätzlich derart dotiert, daß seine Brechzahl um weniger als 0,001 gegenüber der Brechzahl des undotierten Kern-Materials verändert wird. Eine Dotierung des Kern-Materials mit Fluor findet dabei nicht statt. Diese erfindungsgemäße geringe Dotierung des Kerns verbessert die Übertragungseigenschaften der Lichtleitfaser für Strahlung hoher Leistungsdichte und vermindert die Degradationserscheinungen, die bislang bei hohen Lichtleistungen unvermeidbar waren.

Die Dotierung des Kern-Materials erfolgt vorzugsweise mit Ge, P, Sn, Al, N oder Cl. Diese Substanzen sind in Herstellprozessen einfach als Dotierungsmaterial anzuwenden und führen zur gewünschten Lichtleistungsfestigkeit. Sie können einzeln oder in Kombination verwendet werden. Besonders zu bevorzugen ist eine derartig geringe Konzentration, daß dadurch die Brechzahl des dotierten Kern-Materials um 0,00001 bis 0,001, vorzugsweise zwischen 0,0004 bis 0,0008 von der des undotierten Kern-Materials abweicht. Im vorzugsweise genannten Bereich erhält man besonders lichtleistungsfeste Fasern.

Eine Germanium-Dotierung wird bisher bei Verfahren zur Lichtleitfaserherstellung zur Erzeugung eines definierten Brechzahlprofiles (Änderung des Brechungsindex) eingesetzt. Dabei ist allgemein bekannt, daß Dotanden, so auch Germanium, die Stabilität der Lichtleitfaser gegenüber energiereicher Strahlung verschlechtern. Daher wird ein undotiertes Kernmaterial bevorzugt; üblicherweise reines SiO₂ für das Kernmaterial und innerer Mantel aus Fluordotiertem SiO₂, zur Herstellung der Brechzahlabsenkung.

Überraschend wurde festgestellt, daß kleine Mengen an Germanium im Kernmaterial die Leistungsstabilität erheblich verbessern. Dabei sollte die Dotierung so erfolgen, daß im Kernmaterial GeO₂ in einer Konzentration zwischen 0,001 mol% und 1 mol% vorliegt, wobei ein Bereich zwischen 0,3 mol% und 0,6 mol% sich durch besondere Lichtleistungsfestigkeit auszeichnet, ohne daß die Transmission geschwächt wäre.

Bei der Abscheidung des Kern-Materials mit SiCl₄ und O₂ kann die Verbindung GeCl₄ in einer Menge zugegeben werden, bei der sich eine GeO₂-Konzentration im Kern zwischen 0,001 mol% und 1 mol% einstellt und sich die Brechzahl des Kerns weniger als 0,001 gegenüber der Brechzahl des SiO₂ verändert.

Zu dem üblicherweise gasförmigen Reaktionsgemisch von SiCl₄ und O₂ (bei Innenrohrverfahren, wie MCVD oder PCVD) oder SiCl₄ und einem H₂/O₂-Gemisch (bei direkten Flammenverfahren, wie OVD oder VAD) wird gasförmiges GeCl₄ zugesetzt, zum Beispiel in

einer Menge 100 sccm SiCl₄ + 1 sccm GeCl₄. Je nach Verfahrensbedingungen wird von diesem Gemisch eine etwas variierende Menge GeO₂ in das Kernmaterial eingebaut.

Eine deutliche Erhöhung der Leistungsbelastbarkeit der Lichtleitfaser ist nur festzustellen, wenn
5 die durch die Dotierung erzeugte Veränderung der Brechzahl zwischen 0,00001 und 0,001 gegenüber der Brechzahl des reinen SiO₂ liegt. Die angegebenen Grenzen sind jedoch nicht als absolute Werte anzusehen, ab denen die Leistungsbelastbarkeit der Faser abrupt abfällt. Die angegebene obere Grenze für die Veränderung der Brechzahl durch die Dotierung wird vor allem dadurch festgelegt, daß etwa bis zu der Brechzahländerung von maximal 0,001 keine
10 Veränderung der effektiven lichtleitenden Eigenschaften (Erhaltung des Brechzahlprofils, Erhaltung des Brechzahlsprungs zwischen Kern und Mantel) festzustellen ist.

Wird eine zu geringe Dotierung der Preform vorgenommen, erhält man eine unzureichende Langzeitstabilität, die, bei einer Lichtleitfaser ganz ohne Dotierung, der einer herkömmlichen
15 Lichtleitfaser entspricht. Wird eine zu hohe Dotierung vorgenommen, verringert sich die Anfangstransmission und die Langzeitstabilität verschlechtert sich ebenfalls.

Die Erfindung löst das eingangs erwähnte Problem weiter mit einem Verfahren zur Herstellung einer Lichtleitfaser zur Übertragung einer hohen Lichtleistungsdichte, bei dem in einem Zwei-
20 Schritt-Prozeß zunächst eine Preform hergestellt und dann aus dieser die Lichtleitfaser gezogen wird, wobei die Preform nach einer Abscheidung eines Kern-Materials und vor dem Ziehen der Lichtleitfaser mit einer H₂-haltigen Atmosphäre behandelt wird, so daß das Kern-Material der Preform mit Wasserstoff beladen wird.

25 Ebenfalls wird das Problem gelöst durch eine Lichtleitfaser mit einem Kern und einem Mantel, herstellbar durch Abscheiden eines Kern-Materials und eines Mantel-Material zu einer Preform und Behandeln der Preform mit einer H₂-haltigen Atmosphäre, so daß das Kern-Material mit Wasserstoff beladen wird, und Ziehen der Preform zur Lichtleitfaser. Nach der Abscheidung des Kern-Materials erfolgt also eine Behandlung der Preform mit dem SiO₂-Kern und Fluor-dotiertem inneren Mantel mit einer H₂-haltigen Atmosphäre bei höherer Temperatur erfolgt. Optional kann dabei eine H₂-Behandlung des Mantels vermieden werden.

30 Die in die Preform eindiffundierten Wasserstoffatome werden in das Material eingelagert und reagieren zum Teil mit atomaren Defekten innerhalb der Materialschichten. Es erfolgt vermutlich weiter eine teilweise chemische Reduktion der Si-O-Si-Verbindungen zu Si-Si-Verbindungen. Es wird angenommen, daß die in den Materialschichten eingelagerten Wasserstoffatome ein Reservat dafür bilden. Die während des Betriebes der Lichtleitfaser durch die Lichtleitung entstehenden Defekte im Kern-Material können wahrscheinlich durch Wasserstoffatome aus

diesem Reservat geheilt werden und sichern dadurch den Betrieb der Lichtleitfaser mit einer hohen Leistungsdichte mit hoher Stabilität über einen langen Zeitraum.

Der Wirkungsmechanismus der geringen Germanium-Dotierung des Kern-Materials und der
5 Wasserstoff-Beladung der Preform ist noch nicht vollständig bekannt und bedarf weiterer Untersuchungen. Wesentlich ist aber, daß die Germanium-Dotierung des Kern-Materials für sich alleine eine mindestens 30-fach längere Einsatzdauer der Lichtleitfaser und die Wasserstoff-Beladung der Preform für sich alleine eine mindestens fünffach längere Einsatzdauer der Lichtleitfaser bewirkt. Diese Ergebnisse wurden für eine Lichtleitfaser mit 15
10 μm Kerndurchmesser, eine Wellenlänge des geführten Lichtes von 441 nm bei einer Leistung von 1 W Dauerstrich-Betrieb gewonnen. Für eine andere Wellenlänge und einen anderen Leistungseintrag ergeben sich andere Werte. Es soll hier nur verdeutlicht werden, daß mit jeder der Maßnahmen eine wesentliche Verbesserung der Stabilität der Übertragungs-eigenschaften einer Lichtleitfaser auf einen langen Betriebszeitraum gesichert werden kann.

15 Die Wirkung des Wasserstoffs zur Leistungsstabilisierung beruht offensichtlich hauptsächlich auf sein Vorhandensein im Kernmaterial. Eine Einlagerung des Wasserstoff in die Schicht(en) des Mantels hat demgegenüber vermutlich eine untergeordnete Bedeutung. Diese kann möglicherweise hauptsächlich als Reservat für Wasserstoff dienen, der beim Betrieb der
20 Lichtleitfaser in den Kern hinein diffundiert.

Der Wasserstoff diffundiert zum einen in das Kern-Material der Preform und reagiert zum anderen mit dem SiO_2 des Kernmaterials, wird dadurch „unbeweglich“ und kann beim nachfolgenden Ziehen der Preform zur Faser nicht ausdiffundieren. Die notwendigen hohen
25 Temperaturen sichern einerseits eine hohe Diffusionsgeschwindigkeit, andererseits aber auch die Reaktion mit dem SiO_2 . Zu hohe Temperaturen beeinträchtigen jedoch den Gesamtprozeß und führen insbesondere zu einer Profilveränderung des Brechzahlverlaufes durch Fluor-diffusion.

30 Besonders günstig ist die Kombination einer geringen Germanium-Dotierung (z.B. 0,05 mol%) mit einer Wasserstoffbehandlung der fertigen Preform oder auch eines innen beschichteten Rohres vor dem Kollabieren. Eine Weiterbildung sieht eine Kombination der vorgenannten Verfahrensschritte vor, die darin besteht, daß bei der Abscheidung des Kern-Materials mit SiCl_4 und O_2 die Verbindung GeCl_4 in einer Menge zugegeben wird, bei der sich eine GeO_2 -Konzentration im Kern zwischen 0,001 mol% und 1 mol% einstellt und sich die Brechzahl des
35 Kerns weniger als 0,001 gegenüber der Brechzahl des SiO_2 verändert und nach der Abscheidung des Kern-Materials eine Behandlung der Preform mit einer H_2 -haltigen Atmosphäre erfolgt.

Die Behandlung der Preform mit Wasserstoff erfolgt am einfachsten durch eine Außenatmosphäre, die die Preform umgibt. Diese kann zum Beispiel bei dem OVD-Verfahren, dem VAD-Verfahren oder dem MCVD-Verfahren durch einen Wasserstoffüberschuß in der Brennerflamme realisiert werden oder diese wird zum Beispiel beim PCVD-Verfahren in einem die Preform umgebenden Behälter erzeugt.

Die Herstellung der Preform erfolgt in einem Fall durch direkte Verfahren. Zu denen gehören Flammenverfahren, wie OVD und VAD, das Ziehen aus der Schmelze oder das Sol-Gel-Verfahren.

Einen besonders einfachen und stabilen Prozeßablauf gewährleistet ein Innenrohrverfahren, wie das MCVD-Verfahren oder das PCVD-Verfahren, welches für einen der oben genannten erfindungsgemäßen Verfahrensschritten (Germanium-Dotierung des Kern-Materials oder der Wasserstoff-Beladung der Preform oder deren Kombination) entsprechend modifiziert wird. Die Preform besteht hier aus einem Rohr, bei dem eine Innenbeschichtung dieses Rohres mit der Abscheidung des Mantels und der Abscheidung des Kern-Materials erfolgt. Durch anschließendes Kollabieren des innen beschichteten Rohres unter Anwendung der Wärmequelle wird die Preform hergestellt, aus der die Lichtleitfaser gezogen wird.

Bei einem Innenrohrverfahren ist es vorteilhaft nach der Abscheidung des Kern-Materials eine Behandlung des innen beschichteten Rohres mit einer H₂-haltigen Innenatmosphäre durchzuführen. Alternativ kann hier auf eine Wasserstoff-Beladung der Materialschichten durch die Außenatmosphäre verzichtet werden. Die Wasserstoff-Beladung über die Innenatmosphäre ist technologisch einfacher zu führen und erfordert weniger Zeit. Die Wasserstoff-Beladung über die Außenatmosphäre lagert jedoch eine größere Anzahl Wasserstoffatome in die Materialien der Preform ein, bildet also ein größeres Reservat. Daher kann es zweckmäßig sein, die Wasserstoff-Behandlung der Preform sowohl über die Innen- und die Außenatmosphäre durchzuführen.

Bei den Verfahren zur Herstellung der Preform können die Materialschicht für den Mantel und/oder das Kernmaterial porös abgeschieden und nachfolgend verglast werden. Die Wasserstoff-Beladung erfolgt bei einer Preform mit einer oder mehreren porösen Schichten besonders schnell und wirkungsvoll.

Alternativ oder zusätzlich zur Außenbehandlung und/oder Innenbehandlung mit Wasserstoff nach der Abscheidung des Kern-Materials kann bei Verfahren, die mit einem Rohr arbeiten, das innen beschichtete Rohr vor und/oder während des Kollabierens des Rohres mit der H₂-

Ausgangsmaterialien für die Preform und/oder während der Herstellung der Preform und/oder nach der Herstellung der Preform durchgeführt werden.

Die erfindungsgemäßen Maßnahmen sind also unabhängig von den Schritten der Herstellung einer Lichtleitfaser bzw. den Merkmalen einer Lichtleitfaser, die ihre Lichtleitungseigenschaften betreffen, also unabhängig vom Brechzahlunterschied zwischen Kern und Mantel der Lichtleitfaser, da durch die Erfindung die Brechzahl von Mantel- und Kern-Material im wesentlichen unverändert bleiben. Somit können die erfindungsgemäßen Verfahrensschritte bzw. Merkmale bei beliebigen Herstellverfahren bzw. Lichtleitfasern Anwendung finden, um die gewünschte Langzeitstabilität hinsichtlich des Führens hoher Leistungsdichten zu erreichen.

In Suzanne R. Nagel, „R&D Directions for Optical Fiber“, IEEE LTS 26-34, November 1992 und in John B. MacCherney and David J. DiGiovanni, „Materials Development of Optical Fiber“, J.Am.Soc. 73(12) 3537-56 (1990), werden die wichtigsten Herstellungsverfahren für Lichtleitfasern beschrieben, die sämtlich im Zusammenhang mit einigen oder allen Verfahrensschritten der Erfindung Anwendung finden können, um eine Verbesserung der Leistungsfestigkeit und -stabilität von Lichtleitfasern auf SiO₂-Basis zu erzielen.

Die erfindungsgemäßen Lichtleitfasern sind aufgrund ihrer Leistungsfestigkeit besonders dazu geeignet, Licht mit einer mittleren Leistung von 0,5 W oder mehr oder einer mittleren Leistungsdichte von 0,4 MW/cm² oder mehr zu führen. Die Erfindung sieht deshalb die Verwendung einer der erwähnten Lichtleitfasern vor, wobei Licht mit einer mittleren Leistung von 0,5 W oder mehr oder einer mittleren Leistungsdichte von 0,4 MW/cm² oder mehr in der Lichtleitfaser geführt wird. Eine solche Verwendung ist besonders vorteilhaft, wenn hohe Leistungen von einem Laser zu abgeführt werden sollen. Ein Beispiel für eine solche Anwendung ist die Laserprojektion, bei der insbesondere die Eigenschaft einer Lichtleitfaser, beständig gegenüber leistungsstarkem Licht verschiedenster Wellenlängenbereiche zu sein, vorteilhaft ist.

Die Erfindung wird nachfolgend an Hand von Figuren beschrieben. Es zeigen:

- Fig. 1 Querschnitt eines innen beschichteten Rohres vor dem Kollabieren,
- Fig. 2 Querschnitt einer Preform nach dem Kollabieren des Rohres,
- Fig. 3 Darstellung der Leistungsfestigkeit, angegeben über den Transmissionsverlauf bei 441 nm über die Dauer der Lichtübertragung bei 441 nm,
- Fig. 4 Darstellung der Leistungsfestigkeit, angegeben über den Transmissionsverlauf bei 532 nm über die Dauer der Lichtübertragung bei 532 nm,
- Fig. 5 Darstellung der Leistungsfestigkeit, angegeben über den Transmissionsverlauf

bei 630 nm über die Dauer der Lichtübertragung bei 441 nm,

Fig. 6 Querschnitt einer Preform nach dem OVD-Verfahren.

- Fig. 1 zeigt den Querschnitt eines Rohres 1 vor dem Kollabieren. Ein Ausgangsrohr mit einer Länge von 1,20 m mit einem Außendurchmesser von 14 mm und einem Innendurchmesser von 11 mm wird in einem PCVD-Verfahren eingesetzt. Ein derartiges Ausgangsrohr ist unter der Bezeichnung F300/Heraeus Quarzglas handelsüblich. Das Rohr 1 hat eine Innenatmosphäre 7 und ist von einer Außenatmosphäre 6 umgeben. Eine Wärmequelle 2 wird so gesteuert, daß diese das Rohr 1 im Bereich seiner Längenausdehnung und in seinem Umfang gleichförmig erwärmt. Im Beispiel wird das Rohr 1 gedreht und die Wärmequelle 2 ist ein Ring einer Mikrowellenkavität, die längs des Rohres 1 gleichmäßig linear bewegt wird. In einem ersten Verfahrensschritt wird der „Mantel 2“ 3 aus SiO₂ erzeugt. Dieses entsteht in der Reaktion der Innenatmosphäre 7 aus SiCl₄ und O₂.
- Die Temperaturlösung wird so ausgelegt, daß eine gleichmäßig 15 µm dicke Beschichtung des Innendurchmessers des Rohres 1 mit SiO₂ erfolgt. In einem zweiten Verfahrensschritt wird der „Mantel 1“ 4 erzeugt. Dieses entsteht in der thermischen Reaktion der Innenatmosphäre 7 aus SiCl₄, C₂F₃Cl₃ und O₂. Der „Mantel 1“ besteht aus Fluor-dotiertem SiO₂ mit einer Dicke von 0,25 mm. In einem dritten Verfahrensschritt wird eine 25 µm dicke Kernbeschichtung 5 aus SiO₂ erzeugt. Diese entsteht in der thermischen Reaktion der Innenatmosphäre 7 aus SiCl₄ und O₂. Bis hierher sind die Verfahrensschritte allgemein üblich und das innenbeschichtete Rohr 1 wird dann kollabiert, so daß anschließend aus der erhaltenen Preform eine Lichtleitfaser gezogen werden kann.
- Gemäß der Erfindung werden nun ein oder mehrere Verfahrensschritte modifiziert oder mit dem innen beschichteten Rohr 1 zusätzlich durchgeführt, um die Leistungsfestigkeit und -stabilität der aus der Preform gezogenen Lichtleitfaser zu erhöhen. Im Beispiel wird der Innenatmosphäre 7 während der Abscheidung des Kern-Materials 5 1 sccm GeCl₄ auf 100 sccm SiCl₄ zum Gemisch aus SiCl₄ und O₂ zugesetzt. Dies führt zu einer Brechzahlerhöhung des Kern-Materials von nur 0,0004 bzw. zu einer Germanium-Dotierung von 0,3 mol% GeO₂ im Kernmaterial. Allein durch diese Dotierung wird die Leistungsstabilität der aus der Preform gezogenen Lichtleitfaser um mehr als 30-fach für blaues Licht gesteigert.
- Eine weitere Verbesserung der Beständigkeit der Lichtleitfaser gegen Schäden durch das in der Lichtleitfaser geführte Licht wird durch eine Wasserstoff-Behandlung des innenbeschichteten Rohres 1 erzielt. Im Beispiel wird das Edelgas Argon mit 3% Wasserstoff versetzt und dem Rohr 1 als Innenatmosphäre 7 zugeführt. Dies erfolgt solange bis die gesamte nutzbare Länge des Rohres 1 eine Aufwärmung durch die Wärmequelle 2 erfahren hat.

Fig. 2 zeigt eine Preform, d.h. ein kollabiertes Rohr 8 mit dem Mantel 3, 4 und einem Kern 9 im Querschnitt. Die Innenbeschichtung des unkollabierten Rohres erfolgte hier ähnlich zu den in Fig. 1 beschriebenen Schritten, hier allerdings mit dem MVCD-Verfahren. Hier ist die 5 Wärmequelle 2 ein Flammenring einer Wasserstoff-Sauerstoff-Verbrennung, der längs des Rohres gleichmäßig linear bewegt wird. In dem ersten Verfahrensschritt wird der „Mantel 2“ 3 aus SiO_2 erzeugt. Dieses entsteht in der thermischen Reaktion der Innenatmosphäre 7 aus SiCl_4 und O_2 . In dem zweiten Verfahrensschritt wird der „Mantel 1“ 4 erzeugt. Dieses entsteht in 10 der thermischen Reaktion der Innenatmosphäre 7 aus SiCl_4 , $\text{C}_2\text{F}_3\text{Cl}_3$ und O_2 . In dem dritten Verfahrensschritt wird das Kern-Material 5 aus SiO_2 erzeugt. Dieses entsteht in der thermischen 15 Reaktion der Innenatmosphäre 7 aus SiCl_4 und O_2 .

Gemäß der Erfindung können wie oben beschrieben ein oder mehrere Verfahrensschritte modifiziert oder mit dem innen beschichteten Rohr zusätzlich durchgeführt werden, um die 15 Leistungsstabilität der aus der Preform gezogenen Lichtleitfaser zu erhöhen. In diesem Beispiel wird jedoch auf den Germanium-Eintrag und/oder die Wasserstoff-Behandlung über die Innenatmosphäre des Rohres verzichtet. Hier erfolgt ausschließlich ein Wasserstoffeintrag aus der Außenatmosphäre 6 in das kollabierte Rohr 8. Dazu erhält der Flammenring der Wärmequelle 2 einen Wasserstoff-Überschuß. Im Beispiel wird mit einem sechsfach höheren 20 H_2 -Verhältnis gegenüber O_2 gearbeitet. Die Erwärmung des kollabierten Rohres 8 erfolgt auf 1400 °C, wobei jeweils eine Zone des kollabierten Rohres 8 in einer Breite von 10 cm von der Flammeneinwirkung betroffen ist und der Flammenring kontinuierlich in Längsrichtung des kollabierten Rohres 8 mit einer Geschwindigkeit 0,5 cm/min bewegt wird.

25 Infolge des Wasserstoffüberschusses und der hohen Temperatur des kollabierten Rohres diffundieren Wasserstoffatome bis in das Material des Kernes 9 hinein und führen zu einer bleibenden, nichtflüchtigen Wasserstoff-Beladung des kollabierten Rohres 8. Allein durch diese Wasserstoff-Beladung wird die Leistungsstabilität der Lichtleitfaser um den Faktor fünf gesteigert.

30 Die Wasserstoff-Beladung kann zusätzlich auch noch bei der Herstellung des innen beschichteten Rohres 1 über die Außenatmosphäre 6 und/oder durch die Innenatmosphäre 7 erfolgen (siehe dazu auch Fig. 1). Weiterhin kann zusätzlich die Germanium-Dotierung der Kernbeschichtung erfolgen. Jede dieser einzelnen Maßnahmen führt zu einer Verbesserung der 35 Leistungsfestigkeit und -stabilität, wobei deren höchster Wert für blaues Laserlicht bei einer Kombination der Germanium-Dotierung und nachfolgender Wasserstoff-Beladung ermittelt wurde.

Fig. 3 zeigt den Transmissionsverlauf T in % als Funktion der Betriebsdauer d in Tagen für verschiedene SiO₂-Lichtleitfasertypen und folgend genannte beispielhafte Parameter:

- von der Lichtleitfaser geführtes Licht: jeweils 1 W Dauerstrich Laserlicht bei 441 nm,
- 5 - Kerndurchmesser: jeweils 15 µm
- Transmissionsmessung bei 441 nm.

Die durchgehende Linie zeigt einen Transmissionsverlauf für eine herkömmliche SiO₂-Lichtleitfaser. Die Strich-Punkt-Linie zeigt einen Transmissionsverlauf für eine Lichtleitfaser, die aus einer mit Wasserstoff beladenen Preform hergestellt wurde. Die gepunktete Linie zeigt 10 einen Transmissionsverlauf für eine Lichtleitfaser, die aus einer Preform mit einem Germanium dotierten Kern hergestellt wurde. Die gestrichelte Linie zeigt einen Transmissionsverlauf für eine Lichtleitfaser, die aus einer mit Germanium im Kern dotierten und mit Wasserstoff beladenen Preform hergestellt wurde.

15 Die dargestellten Transmissionsverläufe für die Lichtleitfasern, deren Preformen mit Germanium im Kern dotiert und/oder mit Wasserstoff beladenen wurden, zeigen eine mindestens fünffach längere Betriebsdauer, bei der kein wesentlicher Transmissionsverlust feststellbar ist.

20 Weiterhin wurde bei blauem Licht eine höhere Ausgangstransmission bei einer mit Wasserstoff beladenen und/oder mit Germanium im Kern dotierten Lichtleitfaser, im Vergleich zu einer herkömmlichen SiO₂-Lichtleitfaser, gemessen.

25 Die verschiedenen Varianten der Erfindung haben ein unterschiedliches Langzeitstabilitätsverhalten, wobei die Lichtleitfaser, bei der die Preform mit Germanium im Kern dotiert und mit Wasserstoff beladen wurde, die beste Langzeitstabilität für blaues Licht zeigt.

Fig. 4 zeigt den Transmissionsverlauf T in % als Funktion der Betriebsdauer d in Tagen für die in Fig. 3 genannten Lichtleitfasertypen und folgend genannte beispielhafte Parameter:

- 30
- von der Lichtleitfaser geführtes Licht: jeweils 1 W Dauerstrich Laserlicht bei 532 nm,
 - Kerndurchmesser: jeweils 15 µm
 - Transmissionsmessung bei 532 nm.

35 Die durchgehende Linie zeigt einen Transmissionsverlauf für eine herkömmliche SiO₂-Lichtleitfaser. Die Strich-Punkt-Linie zeigt einen Transmissionsverlauf für eine Lichtleitfaser, die aus einer mit Wasserstoff beladenen Preform hergestellt wurde. Die gepunktete Linie zeigt einen Transmissionsverlauf für eine Lichtleitfaser, die aus einer mit Germanium im Kern dotierten Preform hergestellt wurde. Die gestrichelte Linie zeigt einen Transmissionsverlauf für

eine Lichtleitfaser, die aus einer mit Germanium im Kern dotierten und mit Wasserstoff beladenen Preform hergestellt wurde.

- 5 Die dargestellten Transmissionsverläufe zeigen auch hier für die Germanium im Kern dotierten und/oder mit Wasserstoff beladenen Preformen und die daraus hergestellten Lichtleitfasern ein besseres Langzeitverhalten. Es ist hier für die erfindungsgemäßen Lichtleitfasern nur eine sehr geringe Verschlechterung der Transmission feststellbar. Hier hat jedoch die mit Wasserstoff beladene Preform die günstigste Ausgangstransmission und den günstigsten
10 Transmissionsverlauf für grünes Licht.

Fig. 5 zeigt den Transmissionsverlauf T in % als Funktion der Betriebsdauer d in Tagen für die in Fig. 3 genannten Lichtleitfasertypen und folgend genannte beispielhafte Parameter:

- 15 - von der Lichtleitfaser geführtes Licht: jeweils 1 W Dauerstrich Laserlicht bei 441 nm,
- Kerndurchmesser: jeweils 15 μm
- Transmissionsmessung bei 630 nm.

Es wurde festgestellt, daß sich zum Beispiel bei der Führung von blauen Licht in einer herkömmlichen Lichtleitfaser auch die Transmission des roten Lichtes mit der Dauer der
20 Lichteinstrahlung merklich verschlechtert.

Die durchgehende Linie zeigt einen Transmissionsverlauf bei 630 nm für eine herkömmliche SiO₂-Lichtleitfaser bei der Lichtübertragung von Laserlicht mit einer Wellenlänge von 441 nm. Die Strich-Punkt-Linie zeigt einen Transmissionsverlauf für eine Lichtleitfaser, die aus einer mit Wasserstoff beladene Preform hergestellt wurde. Die gepunktete Linie zeigt einen Transmissionsverlauf für eine Lichtleitfaser, die aus einer mit Germanium im Kern dotierten Preform hergestellt wurde. Die gestrichelte Linie zeigt einen Transmissionsverlauf für eine Lichtleitfaser, die aus einer mit Germanium im Kern dotierten und mit Wasserstoff beladenen Preform hergestellt wurde.

30 Die dargestellten Transmissionsverläufe zeigen auch hier für die mit 0,3 mol% GeO₂ dotierten und/oder mit Wasserstoff beladenen Preformen und die daraus hergestellten Lichtleitfasern ein besseres Langzeitverhalten für den gesamten Wellenlängenbereich, der von einer Lichtleitfaser auf SiO₂-Basis übertragen werden kann. Es ist hier für die erfindungsgemäßen Lichtleitfasern
35 nur eine sehr geringe Verschlechterung der Transmission für den gesamten übertragbaren Wellenlängenbereich, d.h. von nahen Infrarot bis in den ultravioletten Bereich hinein feststellbar.

In der Praxis wird man also für einen vorgegebenen Wellenlängenbereich die Kombination der Verfahrensschritte so wählen, daß die gewünschten vorteilhaftesten Eigenschaften Ausgangstransmission und deren Langzeitstabilität für den zu übertragenden Wellenlängenbereich erzielt werden. So kann die Preform, aus der die Lichtleitfaser gezogen wird, mit der Auswahl der angegebenen Verfahrensschritte zur Herstellung der Preform durch wenige Versuche für eine Wellenlänge optimiert werden.

Ebenso kann die Lichtübertragung für einen vorgesehenen Spektralbereich, z.B. den des weißen Lichtes, zur Übertragung von rotem, grünem und blauem Laserlicht, optimiert werden, wobei hier die Kombination der geringen Dotierung des Kerns mit Germanium und mit der zusätzlichen Beladung der Preform mit Wasserstoff die beständigsten und ausgewogensten Eigenschaften einer Lichtleitfaser für den relativ großen Spektralbereich des weißen Lichtes liefern.

Fig. 6 zeigt eine Preform, die durch den OVD-Prozeß hergestellt wurde. Diese enthält herstellungsbedingt einen Luftspalt 10 mit einer Innenatmosphäre 7. Das Kern-Material 4 und der Mantel 3 werden in einem thermischen Prozeß erzeugt, bei dem sowohl die Dotierung des Kerns mit Germanium als auch die Wasserstoff-Behandlung während der Herstellung des Preform erfolgen kann. Die Preform kann aber auch nachträglich von innen und/oder von außen mit Wasserstoff beladen werden, wobei dies vorteilhaft bei der Umwandlung eines porösen Zustandes der Preform in einen glasigen Zustand erfolgt.

25

30

35

40

45

5

Patentansprüche

- 10 1. Verfahren zur Herstellung einer Lichtleitfaser zur Übertragung einer hohen
Lichtleistungsdichte, bei dem in einem Zwei-Schritt-Prozeß zunächst eine Preform hergestellt
und dann aus dieser die Lichtleitfaser gezogen wird, wobei ein Kern-Material und ein Mantel-
Material abgeschieden werden, die durch Dotierung des Mantels ein für
Lichtleitungseigenschaften geeignetes Brechzahlprofil aufweisen, und das Kern-Material
15 zusätzlich mit einer Substanz derart dotiert wird, daß dadurch die Brechzahl des Kerns
gegenüber der Brechzahl des undotierten Kern-Materials um weniger als 0,001, insbesondere
um 0,0004 bis 0,0008, verändert wird, wobei keine Dotierung des Kern-Materials mit Fluor
vorgenommen wird.
- 20 2. Verfahren zur Herstellung einer Lichtleitfaser zur Übertragung einer hohen
Lichtleistungsdichte, bei dem in einem Zwei-Schritt-Prozeß zunächst eine Preform hergestellt
und dann aus dieser die Lichtleitfaser gezogen wird, wobei die Preform nach einer Abscheidung
eines Kern-Materials und vor dem Ziehen der Lichtleitfaser mit einer H₂-haltigen Atmosphäre
behandelt wird, so daß das Kern-Material der Preform mit Wasserstoff beladen wird.
- 25 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei das Kern-Material aus SiCl₄ und O₂
abgeschieden und dabei als Substanz GeCl₄ zugegeben wird, so daß sich eine GeO₂-
Konzentration im Kern zwischen 0,001 mol% und 1 mol%, insbesondere zwischen 0,3 und 0,6
mol%, einstellt.
- 30 4. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Substanz mindestens eines der folgenden
Elemente aufweist: Ge, P, Sn, Al, N, Cl.
- 35 5. Verfahren nach Anspruch 2, bei dem die Behandlung der Preform mit H₂ durch eine
Außenatmosphäre erfolgt.
6. Verfahren nach Anspruch 2, bei dem nach der Abscheidung des Kern-Materials eine
Behandlung des innenbeschichteten Rohres mit einer H₂-haltigen Innenatmosphäre erfolgt.

7. Verfahren nach Anspruch 5, bei dem die H₂-haltige Außenatmosphäre durch eine H₂/O₂-Fiamme erzeugt wird, wobei das Verhältnis von H₂ zu O₂ größer als 2, insbesondere 6, ist.
- 5 8. Verfahren nach einem der obigen Ansprüche in Verbindung mit Anspruch 2, bei dem die Behandlung mit der H₂-haltigen Atmosphäre bei einer Temperatur im Bereich zwischen 600°C und 2000°C erfolgt, wobei diese Erwärmung für jeden Punkt der Preform vorzugsweise für eine Zeitdauer von über 2 min oder mehr aufrechterhalten wird.
- 10 9. Verfahren nach einem der obigen Ansprüche in Verbindung mit Anspruch 2, bei dem die Behandlung mit einem Gemisch aus H₂ und einem Edelgas oder CO erfolgt, wobei vorzugsweise die H₂-Konzentration kleiner als 5% ist.
- 15 10. Verfahren nach einem der obigen Ansprüche in Verbindung mit Anspruch 2, bei dem die Behandlung mit der H₂-haltigen Atmosphäre so lange erfolgt, bis die Dicke des Kern-Materials weniger als 95% ihres ursprünglichen Wertes aufweist.
- 20 11. Verfahren nach einem der obigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Preform aus einem Rohr hergestellt wird, mit Innenbeschichtung dieses Rohres durch Abscheidung eines Mantels, nachfolgender Abscheidung des Kern-Materials und anschließendem Kollabieren des innenbeschichteten Rohres.
- 25 12. Lichtleitfaser mit einem Kern (9) und einem Mantel (3,4) wobei,
- a) ein Kernmaterial des Kerns (9) und ein Mantel-Material des Mantels (3,4) SiO₂ aufweisen,
- b) zwischen Kern-Material und Mantel-Material ein für Lichtleitungseigenschaften geeignetes Brechzahlprofil besteht,
- c) das Kern-Material mit einer brechzahländernden Substanz dotiert ist, wobei
- d) die Brechzahl des dotierten Kern-Materials um weniger als 0,001 von der Brechzahl des undotierten Kern-Materials abweicht und
- e) das Kern-Material nicht mit Fluor dotiert ist.
- 30 13. Lichtleitfaser mit einem Kern (9) und einem Mantel (3,4), herstellbar durch
- a) Abscheiden eines Kern-Materials (5) und eines Mantel-Material (3,4) zu einer Preform und
- b) Behandeln der Preform mit einer H₂-haltigen Atmosphäre, so daß das Kern-Material (5) mit Wasserstoff beladen wird, und
- c) Ziehen der Preform zur Lichtleitfaser.

2/5

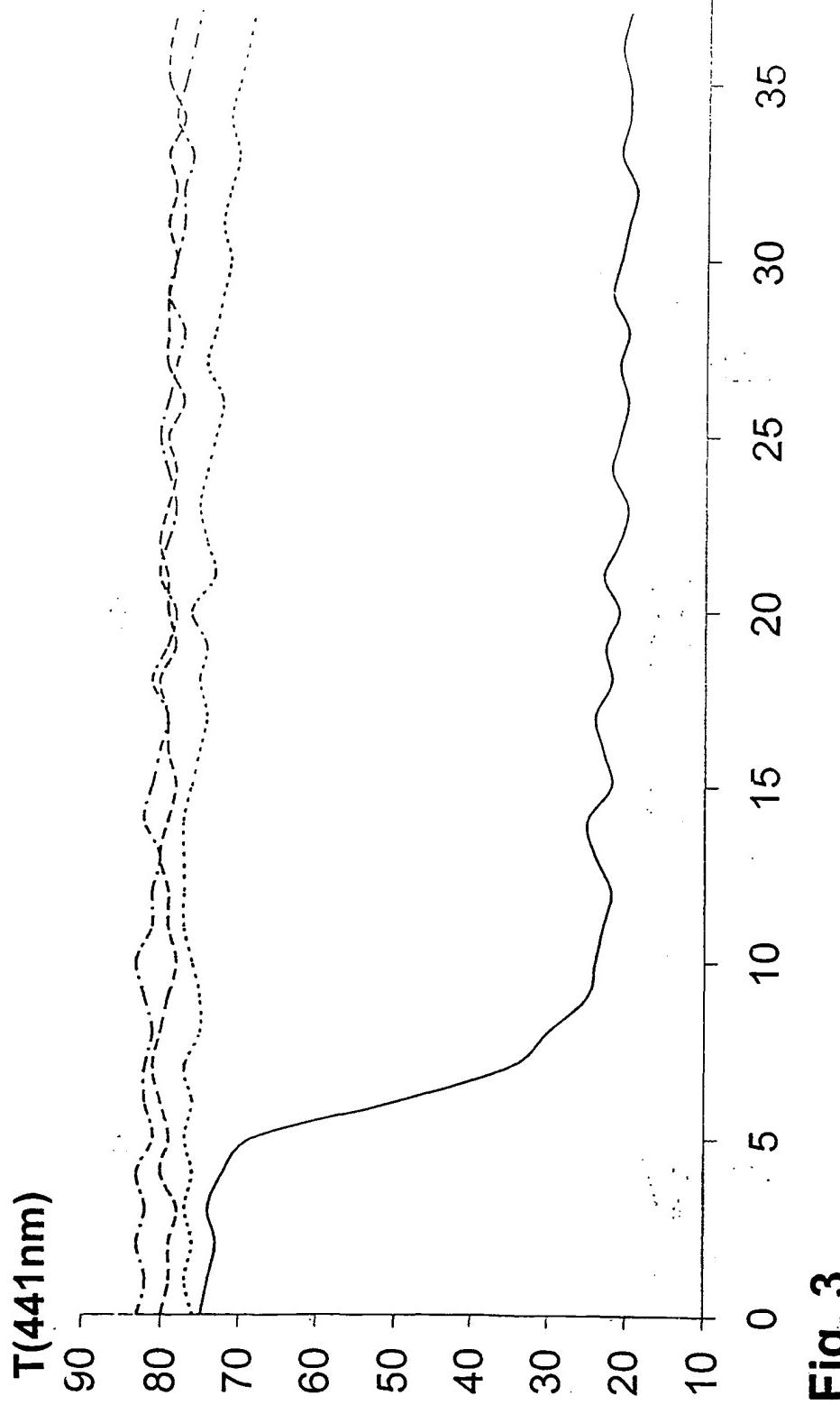


Fig. 3

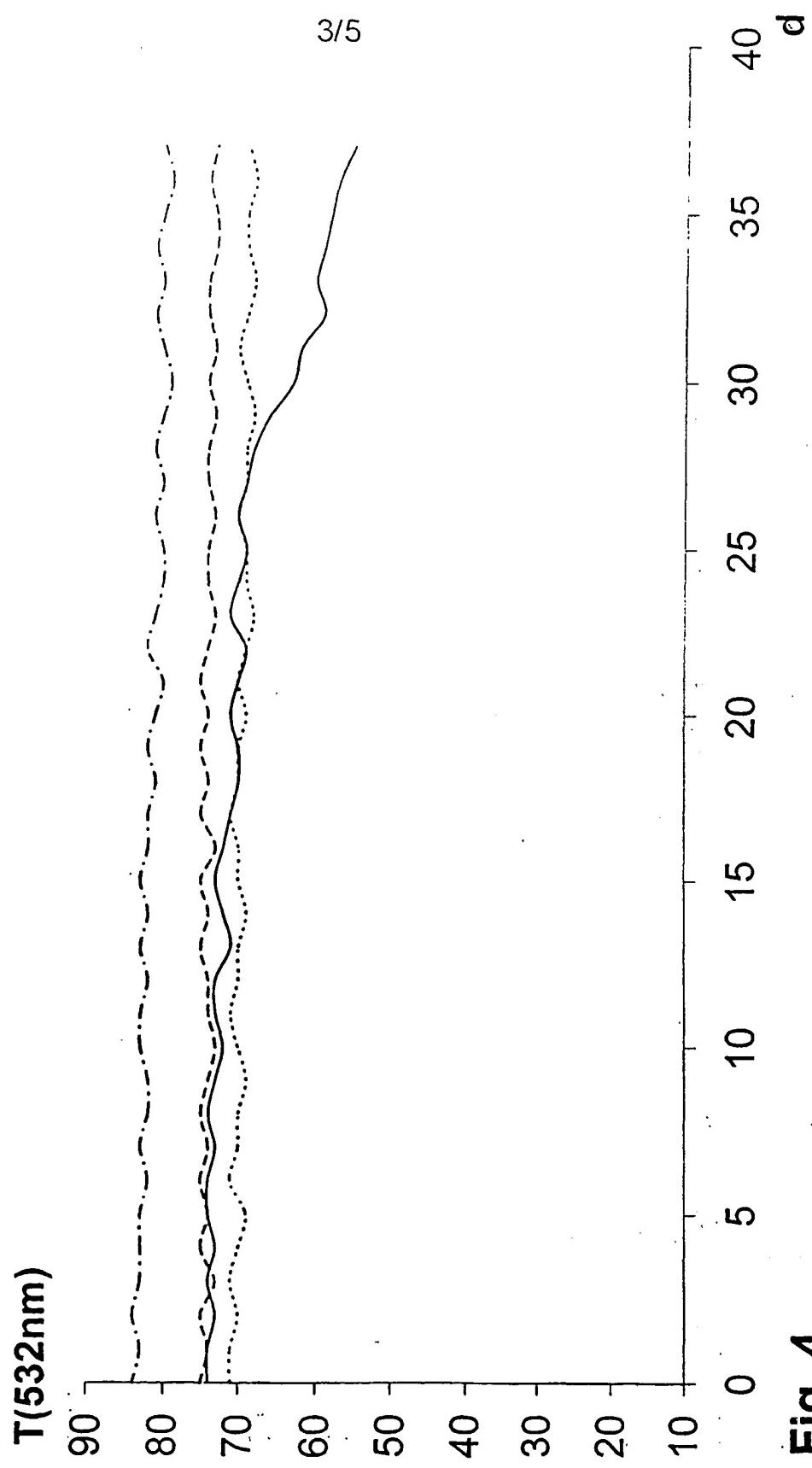


Fig. 4

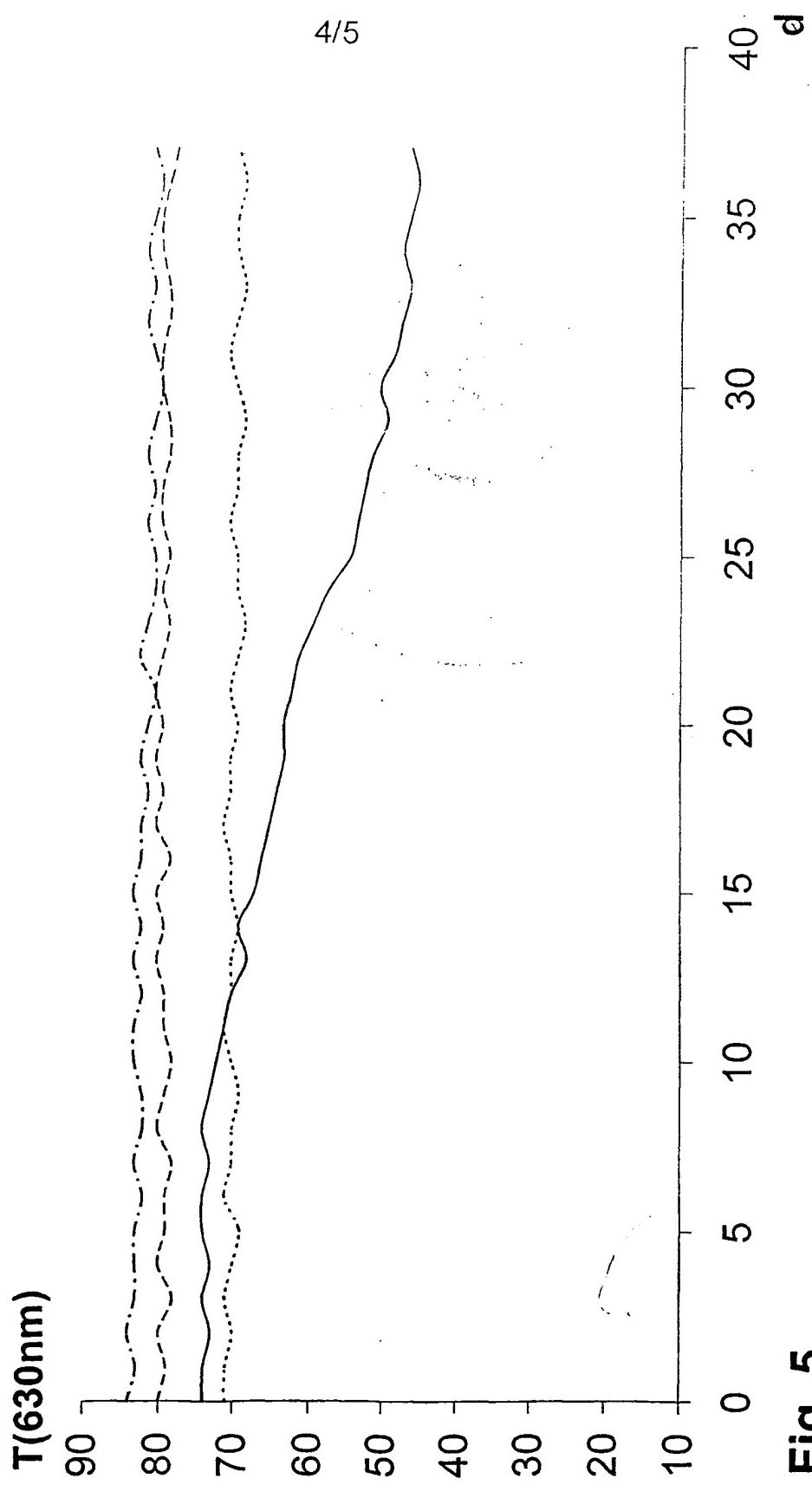


Fig. 5

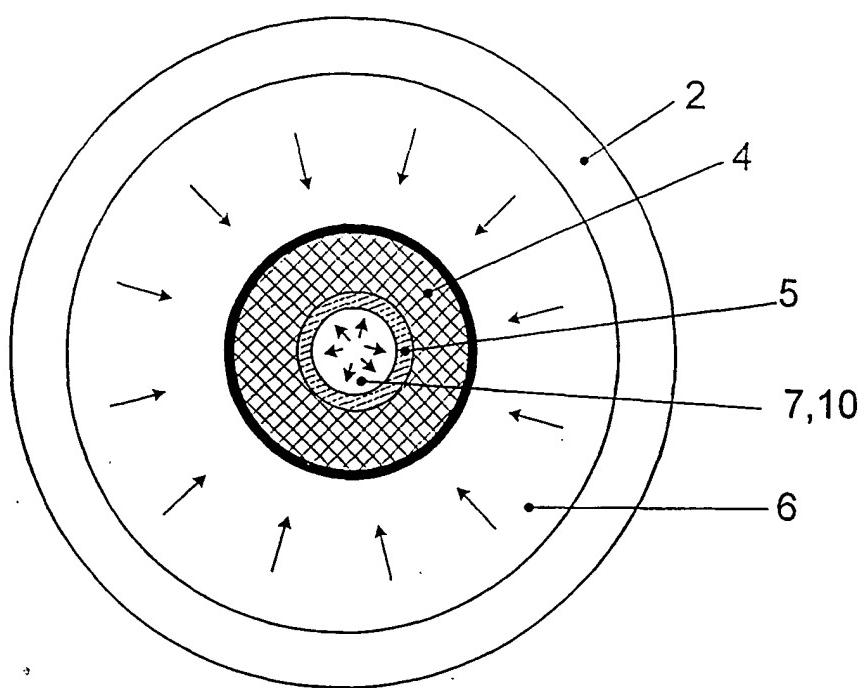


Fig. 6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l Application No

PCT/EP 01/06083

| C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
|--|---|-----------------------|
| Category | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| X | CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 107, no. 26, 28 December 1987 (1987-12-28) Columbus, Ohio, US; abstract no. 241442d, XPC00017734 abstract & JP 62 176941 A (SUMITOMO ELECTRIC IND LTD) 3 August 1987 (1987-08-03) | 1,4,12, 14,16 |
| X | US 3 999 835 A (NEWNS G R ET AL) 28 December 1976 (1976-12-28) abstract | 1,4,12, 16 |
| X | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 13, no. 349, 7 August 1989 (1989-08-07) & JP 01 109307 A (HITACHI CABLE LTD), 26 April 1989 (1989-04-26) abstract page 3, left-hand column, paragraph 2; figure 2 | 1,12,14 |
| X | US 5 146 534 A (LINES M E) 8 September 1992 (1992-09-08) abstract; figure 2 | 1,12 |
| X | US 4 669 821 A (BLAIR G R ET AL) 2 June 1987 (1987-06-02) abstract | 1,12 |
| P,X | WO 00 42458 A (SUMITOMO ELECTRIC IND LTD) 20 July 2000 (2000-07-20) abstract | 1,4,12, 14,16 |

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

Continued from field I.2

Patent claim nos. 1, 12, 14, 15, 18 relate to a method, to a product and to the use of said product, each of these being characterised by a desirable characteristic, namely that the refractive index of the doped core differs from that of the undoped core material by less than 0.001.

The patent claims therefore cover all methods, products and uses thereof with this characteristic, while the patent claims only provide support in the description within the meaning of PCT Art. 6 and the patent application only provides disclosure within the meaning of PCT Art. 5 for a limited number of such methods, products and uses.

In the present case, the patent claims lack the appropriate support or the patent application lacks the necessary disclosure to the extent that a meaningful search covering the entire scope of protection sought seems impossible.

Notwithstanding this, the patent claims also lack the clarity required by PCT Art. 6 since they attempt to define the method, product and use by the desired result, respectively. This lack of clarity is also such that a meaningful search covering the entire scope of protection sought seems impossible.

The search was therefore focussed on those parts of the patent claims that appear to be clear, supported and disclosed, i.e. the parts relating to the doping of an SiO₂ core with a doping substance that increases the refractive index, i.e. Ge, P, Sn, Al, N and Cl, in such small quantities that the refractive index is increased by less than 0.001 (compared to the refractive index of the pure SiO₂).

The applicant is advised that patent claims relating to inventions for which no international search has been produced cannot normally be the subject of an international preliminary examination (PCT Rule 66.1(e)). As a general rule, the EPO in its capacity as the authority entrusted with the task of carrying out an international preliminary examination will not conduct a preliminary examination for subjects in respect of which no search has been provided. This also applies to cases where the patent claims were amended after receipt of the international search report (PCT Article 19) or to cases where the applicant presents new patent claims in the course of the PCT Chapter II procedure.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 01/06083

| Patent document cited in search report | | Publication date | | Patent family member(s) | | Publication date |
|--|---|------------------|------|-------------------------|--|------------------|
| US 4770494 | A | 13-09-1988 | CA | 1270680 A1 | | 26-06-1990 |
| JP 04059630 | A | 26-02-1992 | NONE | | | |
| JP 02302339 | A | 14-12-1990 | NONE | | | |
| EP 0999190 | A | 10-05-2000 | DE | 19850736 A1 | | 11-05-2000 |
| | | | EP | 0999190 A2 | | 10-05-2000 |
| | | | JP | 2000159545 A | | 13-06-2000 |
| JP 01009406 | A | 12-01-1989 | JP | 2724828 B2 | | 09-03-1998 |
| EP 1000909 | A | 17-05-2000 | DE | 19852704 A1 | | 18-05-2000 |
| | | | EP | 1000909 A2 | | 17-05-2000 |
| GB 2096351 | A | 13-10-1982 | AU | 553932 B2 | | 31-07-1986 |
| | | | AU | 1274383 A | | 29-09-1983 |
| | | | CA | 1201987 A1 | | 18-03-1986 |
| | | | ES | 520943 D0 | | 16-05-1984 |
| | | | ES | 8404856 A1 | | 01-09-1984 |
| | | | US | 4816250 A | | 28-03-1989 |
| | | | AT | 11271 T | | 15-02-1985 |
| | | | CA | 1194280 A1 | | 01-10-1985 |
| | | | DE | 3261900 D1 | | 28-02-1985 |
| | | | EP | 0062450 A1 | | 13-10-1982 |
| | | | JP | 58009834 A | | 20-01-1983 |
| | | | US | 4566754 A | | 28-01-1986 |
| JP 59107940 | A | 22-06-1984 | JP | 1416697 C | | 22-12-1987 |
| | | | JP | 62019377 B | | 28-04-1987 |
| JP 62083333 | A | 16-04-1987 | NONE | | | |
| EP 0181595 | A | 21-05-1986 | AU | 4978485 A | | 22-05-1986 |
| | | | DE | 181595 T1 | | 04-09-1986 |
| | | | EP | 0181595 A2 | | 21-05-1986 |
| | | | JP | 61122137 A | | 10-06-1986 |
| DE 29813318 | U | 02-12-1999 | DE | 29813318 U1 | | 02-12-1999 |
| | | | US | 6289161 B1 | | 11-09-2001 |
| JP 62176941 | A | 03-08-1987 | JP | 1728318 C | | 19-01-1993 |
| | | | JP | 4016427 B | | 24-03-1992 |
| US 3999835 | A | 28-12-1976 | GB | 1450123 A | | 22-09-1976 |
| | | | AU | 7583274 A | | 27-05-1976 |
| | | | CA | 1035613 A1 | | 01-08-1978 |
| | | | DE | 2455668 A1 | | 28-05-1975 |
| | | | FR | 2252585 A1 | | 20-06-1975 |
| | | | JP | 1175661 C | | 14-11-1983 |
| | | | JP | 50087339 A | | 14-07-1975 |
| | | | JP | 58009056 B | | 18-02-1983 |
| | | | NL | 7414974 A | | 29-05-1975 |
| JP 01109307 | A | 26-04-1989 | JP | 1984692 C | | 25-10-1995 |
| | | | JP | 7018963 B | | 06-03-1995 |
| US 5146534 | A | 08-09-1992 | DE | 69214252 D1 | | 07-11-1996 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Int'l Application No

PCT/EP 01/06083

| Patent document cited in search report: | Publication date | | Patent family member(s) | Publication date |
|---|------------------|------------|--|--|
| US 5146534 | A | | DE 69214252 T2 EP 0542476 A1 JP 6048775 A | 24-04-1997 19-05-1993 22-02-1994 |
| US 4669821 | A | 02-06-1987 | DE 3577690 D1 EP 0195783 A1 JP 62500236 T WO 8601794 A1 | 21-06-1990 01-10-1986 29-01-1987 27-03-1986 |
| WO 0042458 | A | 20-07-2000 | AU 1687000 A WO 0042458 A1 TW 425481 B | 01-08-2000 20-07-2000 11-03-2001 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

| | |
|-----------------|--------------------|
| Int. | nales Aktenzeichen |
| PCT/EP 01/06083 | |

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|---|--------------------|
| X | CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 107, no. 26, 28. Dezember 1987 (1987-12-28) Columbus, Ohio, US; abstract no. 241442d, XPC00017734 Zusammenfassung & JP 62 176941 A (SUMITOMO ELECTRIC IND LTD) 3. August 1987 (1987-08-03) --- | 1,4,12, 14,16 |
| X | US 3 999 835 A (NEWNS G R ET AL) 28. Dezember 1976 (1976-12-28) Zusammenfassung --- | 1,4,12, 16 |
| X | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 13, no. 349, 7. August 1989 (1989-08-07) & JP 01 109307 A (HITACHI CABLE LTD), 26. April 1989 (1989-04-26) Zusammenfassung Seite 3, linke Spalte, Absatz 2; Abbildung 2 --- | 1,12,14 |
| X | US 5 146 534 A (LINES M E) 8. September 1992 (1992-09-08) Zusammenfassung; Abbildung 2 --- | 1,12 |
| X | US 4 669 821 A (BLAIR G R ET AL) 2. Juni 1987 (1987-06-02) Zusammenfassung --- | 1,12 |
| P,X | WO 00 42458 A (SUMITOMO ELECTRIC IND LTD) 20. Juli 2000 (2000-07-20) Zusammenfassung --- | 1,4,12, 14,16 |

| WEITERE ANGABEN | PCT/ISA/ 210 |
|--|--------------|
| Fortsetzung von Feld I.2 | |
| <p>Die geltenden Patentansprüche 1,12,14,15,18 beziehen sich auf ein Verfahren, ein Produkt sowie dessen Verwendung, jeweils charakterisiert durch eine erstrebenswerte Eigenschaft, nämlich die Abweichung der Brechzahl des dotierten Kerns gegenüber der Brechzahl des undotierten Kern-Materials, welche weniger als 0,001 beträgt.</p> | |
| <p>Die Patentansprüche umfassen daher alle Verfahren, Produkte sowie deren Verwendung, die diese Eigenschaft aufweisen, wohingegen die Patentansprüche Stütze durch die Beschreibung im Sinne von Art. 6 PCT und die Patentanmeldung Offenbarung im Sinne von Art. 5 PCT nur für eine begrenzte Zahl solcher Verfahren, Produkte und Verwendungen liefert.</p> | |
| <p>Im vorliegenden Fall fehlen den Patentansprüchen die entsprechende Stütze bzw. der Patentanmeldung die nötige Offenbarung in einem solchen Maße, daß eine sinnvolle Recherche über den gesamten erstrebten Schutzbereich unmöglich erscheint.</p> | |
| <p>Desungeachtet fehlt den Patentansprüchen auch die in Art. 6 PCT geforderte Klarheit, nachdem in ihnen versucht wird, das Verfahren, das Produkt und die Verwendung durch das jeweils erstrebte Ergebnis zu definieren. Auch dieser Mangel an Klarheit ist der gestaltet, daß er eine sinnvolle Recherche über den gesamten erstrebten Schutzbereich unmöglich macht.</p> | |
| <p>Daher wurde die Recherche auf die Teile der Patentansprüche gerichtet, welche als klar, gestützt und offenbart erscheinen, nämlich die Teile betreffend das Dotieren eines SiO₂-Kerns mit einer die Brechzahl erhöhenden Dotiersubstanz, nämlich Ge, P, Sn, Al, N, Cl und in solchen kleinen Mengen, dass die Brechzahl um weniger als 0,001 (gegenüber der Brechzahl des reinen SiO₂) erhöht wird.</p> | |
| <p>Der Anmelder wird darauf hingewiesen, daß Patentansprüche, oder Teile von Patentansprüchen, auf Erfindungen, für die kein internationaler Recherchenbericht erstellt wurde, normalerweise nicht Gegenstand einer internationalen vorläufigen Prüfung sein können (Regel 66.1(e) PCT). In seiner Eigenschaft als mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragte Behörde wird das EPA also in der Regel keine vorläufige Prüfung für Gegenstände durchführen, zu denen keine Recherche vorliegt. Dies gilt auch für den Fall, daß die Patentansprüche nach Erhalt des internationalen Recherchenberichtes geändert wurden (Art. 19 PCT), oder für den Fall, daß der Anmelder im Zuge des Verfahrens gemäß Kapitel II PCT neue Patentansprüche vorlegt.</p> | |

INTERNATIONAL RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

| | |
|-----------------|------------------|
| Inte | als Aktenzeichen |
| PCT/EP 01/06083 | |

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | | Datum der Veröffentlichung | | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|--|---|-------------------------------|-------|-----------------------------------|-------------------------------|
| US 4770494 | A | 13-09-1988 | CA | 1270680 A1 | 26-06-1990 |
| JP 04059630 | A | 26-02-1992 | KEINE | | |
| JP 02302339 | A | 14-12-1990 | KEINE | | |
| EP 0999190 | A | 10-05-2000 | DE | 19850736 A1 | 11-05-2000 |
| | | | EP | 0999190 A2 | 10-05-2000 |
| | | | JP | 2000159545 A | 13-06-2000 |
| JP 01009406 | A | 12-01-1989 | JP | 2724828 B2 | 09-03-1998 |
| EP 1000909 | A | 17-05-2000 | DE | 19852704 A1 | 18-05-2000 |
| | | | EP | 1000909 A2 | 17-05-2000 |
| GB 2096351 | A | 13-10-1982 | AU | 553932 B2 | 31-07-1986 |
| | | | AU | 1274383 A | 29-09-1983 |
| | | | CA | 1201987 A1 | 18-03-1986 |
| | | | ES | 520943 D0 | 16-05-1984 |
| | | | ES | 8404856 A1 | 01-09-1984 |
| | | | US | 4816250 A | 28-03-1989 |
| | | | AT | 11271 T | 15-02-1985 |
| | | | CA | 1194280 A1 | 01-10-1985 |
| | | | DE | 3261900 D1 | 28-02-1985 |
| | | | EP | 0062450 A1 | 13-10-1982 |
| | | | JP | 58009834 A | 20-01-1983 |
| | | | US | 4566754 A | 28-01-1986 |
| JP 59107940 | A | 22-06-1984 | JP | 1416697 C | 22-12-1987 |
| | | | JP | 62019377 B | 28-04-1987 |
| JP 62083333 | A | 16-04-1987 | KEINE | | |
| EP 0181595 | A | 21-05-1986 | AU | 4978485 A | 22-05-1986 |
| | | | DE | 181595 T1 | 04-09-1986 |
| | | | EP | 0181595 A2 | 21-05-1986 |
| | | | JP | 61122137 A | 10-06-1986 |
| DE 29813318 | U | 02-12-1999 | DE | 29813318 U1 | 02-12-1999 |
| | | | US | 6289161 B1 | 11-09-2001 |
| JP 62176941 | A | 03-08-1987 | JP | 1728318 C | 19-01-1993 |
| | | | JP | 4016427 B | 24-03-1992 |
| US 3999835 | A | 28-12-1976 | GB | 1450123 A | 22-09-1976 |
| | | | AU | 7583274 A | 27-05-1976 |
| | | | CA | 1035613 A1 | 01-08-1978 |
| | | | DE | 2455668 A1 | 28-05-1975 |
| | | | FR | 2252585 A1 | 20-06-1975 |
| | | | JP | 1175661 C | 14-11-1983 |
| | | | JP | 50087339 A | 14-07-1975 |
| | | | JP | 58009056 B | 18-02-1983 |
| | | | NL | 7414974 A | 29-05-1975 |
| JP 01109307 | A | 26-04-1989 | JP | 1984692 C | 25-10-1995 |
| | | | JP | 7018963 B | 06-03-1995 |
| US 5146534 | A | 08-09-1992 | DE | 69214252 D1 | 07-11-1996 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Intell. als Aktenzeichen

PCT/EP 01/06083

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|--|-------------------------------|--|--|
| US 5146534 | A | DE 69214252 T2 EP 0542476 A1 JP 6048775 A | 24-04-1997 19-05-1993 22-02-1994 |
| US 4669821 | A 02-06-1987 | DE 3577690 D1 EP 0195783 A1 JP 62500236 T WO 8601794 A1 | 21-06-1990 01-10-1986 29-01-1987 27-03-1986 |
| WO 0042458 | A 20-07-2000 | AU 1687000 A WO 0042458 A1 TW 425481 B | 01-08-2000 20-07-2000 11-03-2001 |

